BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



(52)

21)

Deutsche Kl.: 12

© Offenlegungsschrift 1719428

Aktenzeichen: P 17 19 428.4 (M 59593)

Anmeldetag: 13. Januar 1964

③ Offenlegungstag: 1. Februar 1973

Ausstellungspriorität:

30 Unionspriorität

22 Datum: 14. Januar 1963
 33 Land: V. St. v. Amerika

3) Aktenzeichen: 251009

Bezeichnung: Entflockung von festen Stoffen in wäßrigem Medium

6) Zusatz zu: —

Ausscheidung aus: —

(7) Anmelder: Monsanto Co., St. Louis, Mo. (V. St. A.)

Vertreter gem. § 16 PatG. Ruschke, H., Dr.-Ing.; Agular, H., Dipl.-Ing.; Patentanwälte,

1000 Berlin und 8000 München

Als Erfinder benannt: Irani, Riyad Rida, Olivetti;

Lyons, John Winship, Webster Groves; Mo. (V. St. A.)

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960): 30. 11. 1969 Prüfungsantrag gemäß § 28 b PatG ist gestellt

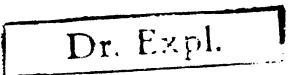
ORIGINAL MIGRECTED

1 BERLIN 33

Auguste-Viktorte-Stroße 55
Pat.-Anw. Dr. Ruschke
Telefon: 0311/89 70 21
89 74 48
Telegramm-Adresse:
Quadratur Bertin
Postsicheckkonfo:
Berlin West 7494
Bank f. Handel u. Industrie
Depositenkasse 32

Berlin 33

Teplitzer Straße 42 Kto. 32-7608 Dr.-Ing. HANS RUSCHKE Dipl.-Ing. HEINZ AGULAR PATENTANWALTE



1719428

Pienzenauer Straße 2
Pat.-Anwait Agular
Telefon: 0811/48 03 24
Telegramm-Adresse:
Guodratur München
Pastscheckkonta:
München 662 77
Bankkonto:
Dresdner Bank
München
Dep.-Kasse Leopoldstraße
Kio. 59 515

Dr.U/Wr

M 1506

Monsanto Chemical Company, St. Louis, Missouri, V.St.A.

Entflockung von festen Stoffen in wäßrigem Medium

Die Erfindung betrifft wäßrige Dispersionen von feinteiligen Feststoffen in entflocktem Zustand und Verfahren zu
ihrer Herstellung. Die Erfindung betrifft insbesondere die
Verwendung von Alkylendiphosphonsäuren und ihren Salzen als
Entflockungsmittel für feinteilige Feststoffe in einer wäßrigen
Aufschlämmung.

Bei vielen industriellen Verfahren wird heutzutage von wäßrigen Suspensionen bzw. Aufschlämmungen Gebrauch gemacht, bei denen als Träger zum Transport der Feststoffe Wasser verwendet wird. Bei der Anwendung von Aufschlämmungssystemen spielt die Erscheinung der Entflockung, d.h. die Trennung von Zusammenballungen in kleinere Einheiten, eine wichtige Rolle, da hierdurch die Fließeigenschaften bzw. die Rheologie des Systems geändert werden. Es sind heute viele und verschiedene

209885/1260

Arten von Entflockungsmitteln in Gebrauch, von denen die eine Klasse, die kondensierten Phosphate, eine weitverbreitete Anwendung in Aufschlämmungssystemen wie Ölbohrschlämmen, bei der Kaolinverarbeitung, bei der Naßverarbeitung bzw. -behandlung von Zement, bei Farbpigmentsuspensionen auf wäßriger Grundlage und dgl. gefunden hat. Es ist jedoch bekannt, daß diese Verbindungen in wäßrigen Aufschlämmungssystemen einer Hydrolyse unterliegen, deren Ausmaß in erster Linie von der Temperatur und den pH-Bedingungen des Systems abhängig ist. Durch diesen Nachteil wird die Anwendbarkeit der Verbindungen oftmals in starkem Maße beschränkt. Ein "hydrolysebeständiges" Entflockungsmittel würde daher auf diesem Gebiet einen äußerst wichtigen Fortschritt bedeuten.

Gegenstand der Erfindung sind daher verbesserte wäßrige Dispersionen von feinteiligen Feststoffen in entflocktem Zustand.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zum Dispergieren von feinteiligen Feststoffen in einem wäßrigen Medium in entflocktem Zustand unter Verwendung eines Entflockungsmittels.

Gegenstand der Erfindung ist weiterhin ein "hydrolysebeständiges" Entflockungsmittel zur Verwendung zum Dispergieren feinteiliger Feststoffe in einem wäßrigen Medium in entflocktem Zustand. Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein verbessertes Entflockungsmittel zur Verwendung in Aufschlämmungssystemen wie Ölbohrschlämmen, bei der Kaolinverarbeitung,
bei der Naßverarbeitung von Zement, bei Farbpigmentsuspensionen auf wäßriger Grundlage und dgl..

Weitere Ziele gehen aus der folgenden Beschreibung und den Ansprüchen hervor.

Es wurde nun gefunden, daß bedeutend verbesserte wäßrige Dispersionen von feinteiligen Feststoffen in entflocktem Zustand hergestellt werden können, wenn man ihnen eine geringe Menge einer oder mehrerer Alkylendiphosphonsäuren bzw. eines Salzes einer solchen Säure einverleibt, wobei die Säuren die allgemeine Formel

aufweisen, in der n eine ganze Zahl von 1 bis 10, X Wasserstoff oder einen niederen Alkylrest mit 1 - 4 Kohlenstoffatomen und Y Wasserstoff, eine Hydroxylgruppe oder einen niederen Alkylrest mit 1 - 4 Kohlenstoffatomen bedeutet.

Erfindungsgemäß brauchbare Verbindungen sind u.a.:

- (1) Methylendiphosphonsäure, $CH_2[P(0)(OH)_2]_2$
- (2) Äthylidendiphosphonsäure, CH₃CH [P(0)(OH)₂]₂
- (3) Isopropylidendiphosphonsäure, CH₃CH₃C [P(0)(OH)₂]₂

- (4) 1-Hydroxy-athylidendiphosphonsaure, $CH_3C(OH)[P(O)(OH)_2]_2$
- (5) Hexamethylendiphosphonsäure, $(OH)_2(O)PCH_2(CH_2)_4CH_2P$ - $(O)(OH)_2$

Die Alkylendiphosphonsäuren und ihre Salze können nach verschiedenen Verfahren hergestellt werden. Eines dieser Verfahren besteht darin, daß nach den folgenden allgemeinen Reaktionsgleichungen zunächst der entsprechende Ester hergestellt wird:

(1) Für die Alkylidendiphosphonsäuren und deren Salze, bei denen n > 1 ist:

$$C1-\begin{pmatrix} \ddot{c} \\ \dot{c} \\ \dot{r} \end{pmatrix} - C1 + 2Na\ddot{P}(OR)_2 \longrightarrow \begin{pmatrix} \ddot{c} \\ \dot{c} \\ \dot{r} \end{pmatrix} n \begin{bmatrix} \ddot{P}(OR)_2 \end{bmatrix}_2 + 2NaC1$$

(2) Für die Alkylidendiphosphonsäuren und deren Salze, bei denen n = 1 ist:

$$CH_{2}[\overset{O}{\mathbb{P}}(OR)_{2}]_{2} \xrightarrow{2K \text{ (Kaliummetall)}} CK_{2}[\overset{O}{\mathbb{P}}(OR)_{2}]_{2} + H_{2} \xrightarrow{XCl, YCl}$$

(3) Für die Alkylendiphosphonsäuren und deren Salze:

$$\text{Cl}(\text{CH}_2)_n \stackrel{\text{O}}{\text{P}} (\text{OR})_2 + \text{NaP}(\text{OR}_2 \longrightarrow (\text{CH}_2)_n [\stackrel{\text{O}}{\text{P}} - (\text{OR})_2]_2 + \text{NaCl}$$

(4) Für die 1-Hydroxy-alkylendiphosphonsäuren und deren Salze:

In diesen Gleichungen haben n, X und Y die gleiche Bedeutung wie in der oben angegebenen allgemeinen Formel und R bedeutet einen Alkylrest.

Die freien Alkylendiphosphonsäuren und ihre Salze können durch Hydrolyse der Ester hergestellt werden→

Unter dem Begriff "hydrolysebeständig" wird hier verstanden, daß das Entflockungsmittel gegenüber der Hydrolyse bzw. dem Abbau unter den verschiedensten pH- und Temperaturbedingungen praktisch beständig ist. Z.B. wurde eine 20 g-Probe Methylendiphosphonsäure, $\mathrm{CH_2(PO_3H_2)_2}$, in 100 ccm Wasser gelöst. Ein 25 ccm-Anteil der Lösung wurde zu 25 ccm 12 n HCl gegeben, um eine 10 %ige Lösung des Mittels in HCl zu erhalten. Ein weiterer 25 ccm-Anteil der Lösung wurde zu 25 ccm 10 %iger NaOH gegeben, um eine 10 %ige Lösung des Mittels in einer 5 %igen Lösung von NaOH zu erhalten. Die vorstehend beschriebenen 10 %igen Lösungen wurden dann 4 Stun-

den zum Sieden erhitzt, wonach beide Lösungen keine Veränderungen in bezug auf ihre physikalischen Eigenschaften aufwiesen. Die Spektren der magnetischen Kernresonanz zeigten, daß die beiden 10 %igen Lösungen mit frischen, jedoch nicht erhitzten 10 %igen Lösungen des Mittels in Wasser gleicher Säure- bzw. Alkalikonzentration identisch waren, womit die Beständigkeit des Mittels gegenüber der Hydrolyse bzw. dem Abbau unter scharfen Temperatur- und pH-Bedingungen nachgewiesen war. Es sei vermerkt, daß unter den vorstehend genannten Bedingungen sämtliche bekannten Polyphosphate - gleichgültig, ob sie in Form der Säuren, als Salze oder als Ester vorliegen - vollständig hydrolysieren bzw. abbauen würden. Eine weitere Probe, und zwar 2 g Tetranatriummethylendiphosphonat, einem trockenen Pulver, wurde thermogravimetrisch, d.h. auf den Gewichtsverlust beim Erhitzen, geprüft. Unterhalb einer Temperatur von 300°C wurde ein Gewichtsverlust von weniger als 1 % festgestellt. Die Röntgenbeugungsdiagramme der erhitzten Probe und einer nicht erhitzten Probe waren miteinander identisch. Wie aus den vorstehenden Versuchen ersichtlich ist, sind die erländungsgemäßen Entflockungsmittel als "hydrolysebeständig" anzusehen und können, da sie den Polyphosphaten in bezug auf die Entflockungseigenschaften vergleichbar sind, mit Vorteil für die verschiedensten Zwecke verwendet werden, wo mit wäßrigen Aufschlämmungen gearbeitet wird.

Allgemein ausgedrückt betrifft die Erfindung die Verwendung von Alkylendiphosphonsäuren und ihren Salzen als verbesserte Entflockungsmittel für wäßrige Dispersionen von feinteiligen Feststoffen. Die Erfindung betrifft weiterhin die hierbei erhaltenen wäßrigen Aufschlämmungen, die die verbesserten Entflockungsmittel der Erfindung enthalten. Für die erfindungsgemäße Verwendung sind sämtliche wasserlöslichen Salze der Alkylendiphosphonsäuren geeignet; insbesondere können erfindungsgemäß die wasserlöslichen Alkali-, Erdalkali- und Ammoniumsalze sowie Gemische dieser Salze verwendet werden.

Da die erfindungsgemäßen Entflockungsmittel hydrolysebeständig sind, können sie mit Vorteil zur Entflockung bei zahlreichen und den verschiedensten wäßrigen Dispersionen von anorganischen Feststoffen sowie wäßrigen Dispersionen von organischen Feststoffen und insbesondere bei Aufschlämmungssystemen wie Ölbohrschlämmen, bei der Kaolinverarbeitung, bei der Naßverarbeitung von Zement, für Farbpigmentsuspensionen auf wässriger Grundlage, bei der Kohlenverarbeitung und dgl. verwendet werden. Mit diesen speziellen Anwendungsbereichen erschöpft sich jedoch die Anwendbarkeit der erfindungsgemäßen Entflockungsmittel keineswegs, sodaß die Erfindung nicht auf diese speziellen Anwendungsbereiche beschränkt ist. Die Mengen an Entflockungsmittel, die in einem bestimmten Fall zur Entflockung eines Aufschlämmungssystems erforderlich sind, hängen u.a. - von der gewünschten Viskosität, den Anwendungsbedingungen, den Verunreinigungen und dgl. ab; in jedem Fall kommt man jedoch gewöhnlich mit nur geringen Mengen aus, d.h. bereits mit Mengen von 0,01 Gew.-% - bezogen auf das Gewicht der Feststoffe - kann man verbesserte Ergebnisse erzielen, und gewöhnlich sind für irgendeine Anwendung nicht mehr als etwa 1 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht der Feststoffe, erforder-lich. Da angenommen wird, daß die Fähigkeit des Entflockungsmittels zur Entflockung mit zunehmender Zahl der ionisierten Phosphonsäuregruppen ansteigt, weist das Aufschlämmungssystem vorzugsweise einen pH-Wert von 5 oder darüber auf.

Wie oben bereits erwähnt, sind die erfindungsgemäßen Entflockungsmittel besonders für Kaolintonaufschlämmungen geeignet. Bei der Kaolinverarbeitung ist es üblich, den Kaolin in Form von Aufschlämmungen von der Grube zur Verarbeitungsanlage zu transportieren, und die Verarbeitung in der Anlage kann ebenfalls mit diesen Aufschlämmungen durchgeführt werden. Gewöhnlich wird die Verarbeitung in der Weise durchgeführt, daß man in dem Aufschlämmungssystem eine Entflockung, sodann eine Ausflockung und schließlich eine erneute Entflockung vornimmt, wobei die erneute bzw. endgültige Entflockung vor dem Sprühtrocknen bzw. Trommeltrocknen durchgeführt wird. Weiterhin wird der Kaolin oftmals in Form von Aufschlämmungen an die Verbraucher versandt. Die im Kaolin enthaltenen Verunreinigungen, die Einflüsse von Flockungszusätzen und anderen bei dem Verfahren verwendeten Mitteln und die auftretenden Temperaturschwankungen sind einige der Faktoren, die die Wirkung des Entflockungsmittels beeinträchtigen. Es liegt daher auf der Hand, daß ein Entflockungsmittel, das verhältnismäßig hydrolysebeständig ist, bei der Verarbeitung von Kaolinaufschlämmungen einen ausgesprochenen Vorteil darstellen würde.

Die zur Entflockung der Kaolinaufschlämmung erforderliche

Menge an Entflockungsmittel ist von zahlreichen Faktoren abhängig, deren wichtigster die gewünschte Viskosität ist. In jedem Falle sind jedoch gewöhnlich schon geringe Mengen von nur etwa 0,01 - 1 Gew.-% - bezogen auf das Gewicht der Feststoffe - ausreichend.

In Vergleichsversuchen wurden die erfindungsgemäßen Entflockungsmittel mit den in breitem Maße verwendeten bekannten Polyphosphat-Entflockungsmitteln, d.h. Natriumtripolyphosphat, Tetranatriumpyrophosphat und Natriumhexametaphosphat, in bezug auf ihre Wirksamkeit in einer Kaolinaufschlämmung verglichen. Der für die Versuche verwendete Kaolin war praktisch frei von Verunreinigungen und wurde mit destilliertem Wasser vermischt, um eine wäßrige Aufschlämmung mit einem Feststoffgehalt von etwa 55 % zu erhalten. Die anfangs vorliegende Kaolinaufschlämmung hatte einen pH-Wert von etwa 4. Der nach dem Zusatz der Entflockungsmittel vorliegende endgültige pH-Wert variierte von etwa 7 bis 8,3 - mit Ausnahme bei der Verwendung des Entflockungsmittels Natriumhexametaphosphat, wobei die Aufschlämmung einen End-pH-Wert von etwa 4,5 aufwies. Die Viskositätsmessungen wurden mit Hilfe eines Stormer-Viskosiaeters durchgeführt, das einen hohlen Rotor und einen Becher, der nur mit Seitenflügeln ausgerüstet war, aufwies, wobei die scheinbare Viskosität bel 300 Umdrehungen pro Minute bestimmt wurde. Die Ergebnisse der Versuche sind in der folgenden Tabelle zusammengestellt:

| | | 1/19428 |
|--|---|--|
| | Tabelle I | |
| | Menge des Entflok- kungsmittels in % des Feststoff- | Scheinbare Viskosität (cP, bei 300 Umdrehun- gen/Minute im Stormer- |
| Entflockungsmittel | gewichtes | Viskosimeter) |
| (1) Tetranatrium- pyrophosphat | 0 0,1 0,15 0,2 0,3 0,4 | Plastisch 80 50 40 40 |
| (2) Natriumtri- polyphosphat | 0 0,1 0,15 0,2 0,3 0,4 | Plastisch 110 50 40 40 40 |
| (3) Natriumhexa- metaphosphat | 0 0,1 0,15 0,2 0,3 0,4 | Plastisch 90 50 40 40 40 |
| (4) Tetranatrium- methylendiphosphonat | 0 0,1 0,15 0,2 0,3 0,4 | Plastisch 1040 50 40 40 |
| (5) Tetranatrium- athylendiphosphonat | 0 0,1 0,15 0,2 0,3 0,4 | Plastisch 900 180 60 40 40 |
| (6) Tetranatrium- propylendiphosphonat | 0 0,1 0,15 0,2 0,3 0,4 | Plastisch 680 140 50 40 |
| (7) Tetranatrium- hexamethylen- diphosphonat | 0 0,1 0,15 0,2 0,3 0,4 | Plastisch 900 300 110 40 |

Aus den obigen Ergebnissen ist ersichtlich, daß die erfindungsgemäßen Entflockungsmittel, d.h. die Mittel (4), (5), (5) und (7), wenn sie in sehr geringen Mengen von 0,1 bis etwa 0,2 Gew.-% - bezogen auf das Gewicht der Feststoffe - zugegeben wurden, in jedem Falle eine drastische Änderung der Viskosität der Aufschlämmung hervorriefen und - wenn sie in Mengen von mehr als etwa 0,15 % verwendet wurden - die gleiche Wirksamkeit aufwiesen wie die viel verwendeten Polyphosphat-Entflockungsmittel, d.h. die Mittel (1), (2) und (3).

Bei einer weiteren Versuchsreihe wurde ebenfalls ein erfindungsgemäßes Entflockungsmittel mit den bekannten und vielverwendeten Polyphosphat-Entflockungsmitteln in einer Kaolin-Aufschlämmung verglichen. Der für diese Versuche verwendete Kaolin entsprach in seinem Reinheitsgrad einem Kaolin, wie er in einer Kaolingrube vorkommt, und wurde mit destilliertem Wasser vermischt, um eine wäßrige Aufschlämmung mit einem Feststoffgehalt von etwa 70 % zu erhalten. Die Aufschlämmung wurde während des ganzen Versuchs mit Hilfe von NaOH auf einem pH-Wert von etwa 7 gehalten. Die Viskositätsmessungen wurden mit Hilfe eines "Rotovisco"-Rotationsviskosimeters durchgeführt. Die ermittelten Daten wurden in die scheinbaren Newtonschen Viskositäten umgerechnet. Die Ergebnisse sind für eine Newtonsche Schergeschwindigkeit von 249 sec-1 - eine Geschwindigkeit, die die Versuche gut wiedergibt - in der folgenden Tabelle zusammengestellt:

Tabelle II

| Entflockungsmittel | Menge des Ent- flockungsmittels in % des Fest- stoffgewichtes | Scheinbare Viskosität (cP) |
|--|--|----------------------------------|
| (1) Natriumtri- | | |
| polyphosphat | 0 | Plastisch |
| | 0,1 | Plastisch |
| | 0,2 | 115 |
| | 0,25 | 107 |
| | 0,3 | 72 |
| | 0,35 | 72 |
| (2) Tetranatrium- | | |
| pyrophosphat | 0 | Plastisch |
| | 0,1 | Plastisch |
| | 0,2 | 125 |
| | 0,25 | 100 |
| | 0,3 | 79 |
| | 0,35 | 75 |
| (3) 1-Hydroxy-äthyl- iden-diphosphon- | | |
| säure | 0 | Plastisch |
| | 0,1 | 112 |
| | 0,2 | 86 |
| | 0,25 | 72 |
| | 0,3 | 100 |
| | 0,35 | 172 |

Den obigen Ergebnissen kann entnommen werden, daß das erfindungsgemäße Entflockungsmittel (3) bei Zugabe in sehr geringen Mengen, d.h. in einer Menge von etwa 0,1%, eine drastische Viskositätsänderung der Aufschlämmung bewirkte, während die vielverwendeten Polyphosphat-Entflockungsmittel (1) und (2) bei Verwendung in den gleichen Mengen praktisch unwirksam waren. Weiterhin ist der Tabelle zu entnehmen, daß das Entflockungsmittel (3) die gleiche Wirksamkeit hatte wie die Polyphosphat-Entflockungsmittel (1) und (2), wenn die Mittel in Mengen von etwa 0,2-0,35% verwendet wurden.

Wie oben erwähnt, sind die erfindungsgemäßen Entflockungsmittel besonders für Bohrschlämme geeignet. Die
in größeren Tiefen herrschenden hohen Temperaturen, die
bisweilen 250°C erreichen, die Verunreinigung durch Salzlösungen oder infolge des Auszementierens der Bohrlöcher
sind einige der Faktoren, die unerwünschte Schwankungen in
den Viskositätseigenschaften der Bohrschlämme hervorrufen.
Die Bohrschlämme müssen daher die wichtige Forderung erfüllen, über einen weiten Bereich von Temperatur- und pHBedingungen eine geeignete Viskosität beizubehalten.
Es liegt auf der Hand, daß ein Entflockungsmittel, das über
einen weiten Bereich von Temperatur- und pH-Bedingungen
hydrolysebeständig ist, zur Verwendung in Bohrschlämmen
äußerst gut geeignet wäre.

Die Bohrschlämme können aus irgendeinem üblichen Material, wie hydratisierbarem Ton oder kolloidalen Tonkörpern, bestehen, das in einem wäßrigen Träger entflockt bzw. dispergiert werden kann. Unter den Tonmaterialien, die häufig für derartige Zwecke verwendet werden, sind z.B. Wyoming-Bentonit und die handelsüblichen Bohrschlammtone zu nennen, die in verschiedenen Teilen der Vereinigten Staaten, wie z.B. in Texas, Tennessee und Louisiana, vorkommen und Bohrschlämme mittlerer Konsistenz ergeben. Beschwerungsmaterialien, die zur Erhöhung des spezifischen Gewichts zugegeben werden, wie Baryt, Eisenoxyd, Calciumcarbonat, Kieselsäure und dgl., können ebenfalls einverleibt werden. Der wäßrige Träger kann irgendein geeignetes Frisch- oder Salzwasser sein, wie es aus Quellen bzw. Brunnen, Seen oder dem Meer erhalten wird. Weiterhin können die erfindungsgemäßen Bohrschlämme andere Zusätze, wie Alkalien, Quebracho, Kalk, Zement, Gips und dgl., enthalten.

Lie an den Alkylendiphosphonsäuren bzw. ihren Salzen zuzugebenden Mengen sind u.a. von den gewünschten Eigen-schaften und dem Type des verwendeten Tons abhängig. Unter normalen Bedingungen wird das Entflockungsmittel gewöhnlich in Mengen von etwa 0,01 - 1 Gew.-% - bezogen auf das Gewicht der Feststoffe - verwendet.

Unter Verwendung der Alkylendiphosphonsäuren oder ihrer Salze können auch wäßrige Dispersionen anderer Typen von feinteiligen Feststoffen in entflocktem Zustand

hergestellt werden. Aufschlämmungssysteme wie Farbpigmentsupensionen auf wäßriger Grundlage, Zementaufschlämmungen
und Kohlenaufschlämmungen können bisweilen durch die Zugabe
geringer Mengen der erfindungsgemäßen Entflockungsmittel
verbessert werden.

Aus der obigen Beschreibung ist ersichtlich, daß die Alkylendiphosphonsäuren und ihre Salze äußerst vielseitige Entflockungsmittel darstellen, sodaß der Erfindungsbereich ganz allgemein ihre Verwendung in beliebigen wäßrigen Dispersionen von beliebigen feinteiligen Feststoffen sowie die hierbei erhaltenen Dispersionen umfaßt.

- Patentansprüche -



1. Aufschlämmung, dadurch gekennzeichnet, daß sie aus einer wäßrigen Dispersion von feinteiligen Feststoffen besteht und als Entflockungsmittel eine Säure der allgemeinen Formel

in der n eine ganze Zahl von 1 bis 10, X Wasserstoff oder einen niederen Alkylrest und Y Wasserstoff, eine Hydroxylgruppe oder einen niederen Alkylrest bedeutet, oder ein wasserlösliches Salz einer solchen Säure enthält.

- 2. Aufschlämmung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Entflockungsmittel Methylendiphosphonsäure
 oder eines ihrer wasserlöslichen Alkali-, Erdalkali- oder
 Ammoniumsalze ist.
- 3. Aufschlämmung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Entflockungsmittel Äthylendiphosphonsäure
 oder eines ihrer wasserlöslichen Alkali-, Erdalkali- oder
 Ammoniumsalze ist.
- 4. Aufschlämmung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Entflockungsmittel 1-Hydroxy-äthylidendiphosphonsäure oder eines ihrer wasserlöslichen Alkali-,
 Erdalkali- oder Ammoniumsalze ist.

<u>5.</u>

- 5. Aufschlämmung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Entflockungsmittel Methylendiphosphonsäure, Tetranatriummethylendiphosphonat, Äthylendiphosphonsäure, Tetranatriumäthylendiphosphonat, 1-Hydroxyäthylidendiphosphonsäure oder Tetranatrium-1-hydroxy-äthylidendiphosphonat ist.
- 6. Aufschlämmung nach Anspruch 1 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Dispersion eine wäßrige Suspension von
 Ton ist.
- 7. Aufschlämmung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Entflockungsmittel in ausreichender Menge
 vorliegt, um die Neigung der Tonteilchen zur Ausflockung
 zurückzudrängen.
- 8. Aufschlämmung nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Ton Kaolin ist.
- 9. Verfahren zur Herstellung einer wäßrigen Aufschlämmung nach Anspruch 1 8, dadurch gekennzeichnet, daß man die wäßrige Aufschlämmung, die die feinteiligen Feststoffe enthält, mit dem Entflockungsmittel vermischt.